

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-110087

(43)Date of publication of application : 28.04.1998

(51)Int.Cl.

C08L 63/00

C08G 59/00

C08K 3/22

C08K 5/49

(21)Application number : 08-284731

(71)Applicant : CHISSO CORP

(22)Date of filing : 07.10.1996

(72)Inventor : WATABE HIROTERU
IWATA MASUO
TAKEBAYASHI TAKASHI

(54) FLAME-RETARDANT EPOXY RESIN COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a flame-retardant epoxy resin compsn. having a high flame retardance without using a halogenous flame retardant by compounding an epoxy resin with ammonium polyphosphate and red phosphorus in a specified wt. ratio of ammonium polyphosphate to red phosphorus or by compounding an epoxy resin with ammonium polyphosphate and aluminum hydroxide or magnesium hydroxide in a specified wt. ratio of ammonium polyphosphate to aluminum hydroxide or magnesium hydroxide.

SOLUTION: This compsn. is prepd. by compounding 100 pts.wt. epoxy resin with 1-40 pts.wt. the sum of ammonium polyphosphate and red phosphorus in a wt. ratio of ammonium polyphosphate to red phosphorus of (96:4)-(75:25) or with 1-50 pts.wt. the sum of ammonium polyphosphate and aluminum hydroxide or magnesium hydroxide in a wt. ratio of red phosphorus to aluminum hydroxide or magnesium hydroxide of (90:10)-(70:30). By the synergistic effects of the combination of ammonium polyphosphate with red phosphorus or with aluminum hydroxide or magnesium hydroxide in a specified wt. ratio, the compsn. has a high flame retardance even when these flame retardants are compounded in low amts. Ammonium polyphosphate coated with a resin is pref. used.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-110087

(43)公開日 平成10年(1998) 4月28日

(51)Int.Cl.⁸

識別記号

F I

C 0 8 L 63/00

C 0 8 L 63/00

C 0 8 G 59/00

C 0 8 G 59/00

C 0 8 K 3/22

C 0 8 K 3/22

5/49

5/49

審査請求 未請求 請求項の数6 F D (全 8 頁)

(21)出願番号

特願平8-284731

(22)出願日

平成8年(1996)10月7日

(71)出願人 000002071

チッソ株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号

(72)発明者 渡部 大輝

神奈川県横浜市金沢区乙舩町10番3号

(72)発明者 岩田 満寿夫

神奈川県横浜市金沢区乙舩町10番2号

(72)発明者 竹林 貴史

神奈川県横浜市金沢区乙舩町10番2号

(74)代理人 弁理士 野中 克彦

(54)【発明の名称】 難燃性エポキシ樹脂組成物

(57)【要約】

【課題】ハロゲン系難燃剤を使用することなく、高度の難燃性を有する難燃性エポキシ樹脂組成物を提供すること。

【解決手段】エポキシ樹脂に、ポリリン酸アンモニウムと赤燐、ポリリン酸アンモニウムと特定の金属水和物もしくはポリリン酸アンモニウム、赤燐および特定の金属水和物を特定の配合比で配合することにより得られる難燃性エポキシ樹脂組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】エポキシ樹脂100重量部に対して、

(A) ポリリン酸アンモニウムおよび(B) 赤燐を、その合計量が1～40重量部となる割合で配合し、かつ、(A) : (B) の重量比が96 : 4～75 : 25であることを特徴とする難燃性エポキシ樹脂組成物。

【請求項2】エポキシ樹脂100重量部に対して、

(A) ポリリン酸アンモニウムおよび(C) 水酸化アルミニウムおよび水酸化マグネシウムのなかから選ばれる1種もしくは2種の金属水和物を、その合計量が1～50重量部となる割合で配合し、かつ、(A) : (C) の重量比が90 : 10～70 : 30であることを特徴とする難燃性エポキシ樹脂組成物。

【請求項3】エポキシ樹脂100重量部に対して、

(A) ポリリン酸アンモニウム、(B) 赤燐および(C) 水酸化アルミニウムおよび水酸化マグネシウムのなかから選ばれる1種もしくは2種の金属水和物を、その合計量が1～50重量部となる割合で配合し、かつ、(A) : (B) の重量比が96 : 4～75 : 25であって、且つ(A+B) : (C) の重量比が99.9 : 0.1～70 : 30であることを特徴とする難燃性エポキシ樹脂組成物。

【請求項4】(A) 成分であるポリリン酸アンモニウムが、ポリリン酸アンモニウム、メラミン変性ポリリン酸アンモニウムもしくは被覆ポリリン酸アンモニウムである請求項1～3のいずれか1項記載の難燃性エポキシ樹脂組成物。

【請求項5】(B) 成分である赤燐が、赤燐もしくは被覆赤燐である請求項1もしくは請求項3のいずれか1項記載の難燃性エポキシ樹脂組成物。

【請求項6】カーボン繊維もしくはガラス繊維を含有させてなる請求項1～3のいずれか1項記載の難燃性エポキシ樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は難燃性に優れた難燃性エポキシ樹脂組成物に関する。さらに詳しくは(A) ポリリン酸アンモニウムと(B) 赤燐、(A) ポリリン酸アンモニウムと(C) 金属水和物もしくは(A) ポリリン酸アンモニウム、(B) 赤燐および(C) 金属水和物の各成分を特定の割合で配合してなる難燃性エポキシ樹脂組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、エポキシ樹脂の難燃化には大量のハロゲン系難燃剤が使用されてきた。しかし近年、ハロゲン化合物による環境汚染や、人体への影響など種々の問題が指摘され、それらの使用に関して様々な規制がなされるようになってきた。更にハロゲン系難燃剤は、火災や焼却処理の際、腐食性のガスや黒煙を発生させることから、該難燃剤に替わる、より安全性の高い難燃剤も

しくは難燃システムの開発が望まれている。

【0003】最近、エポキシ樹脂の難燃化に使用されるハロゲン系難燃剤を非ハロゲン系に替える検討が盛んに進められており、リン系難燃剤またはリン系難燃システムが注目されている。リン系難燃剤としてはポリリン酸アンモニウムや赤燐が代表的であり、他の難燃剤もしくは難燃助剤と併用した難燃性樹脂組成物が検討されている。

【0004】非ハロゲン系難燃剤である赤燐がエポキシ樹脂等の合成樹脂に対して難燃効果を与えることは公知であるが、赤燐はそのままであると、取り扱い上危険であること、空気中の水分によって変性すること等の問題から、無機材料や樹脂で被覆した改質赤燐が主として用いられている。

【0005】例えば、特開昭61-152746号公報にはエポキシ樹脂に対して水酸化アルミニウムで被覆した改質赤燐と水酸化アルミニウムとを配合してなる難燃性エポキシ樹脂組成物が開示されている。しかしながら、水酸化アルミニウムを主難燃剤、赤燐を難燃助剤として併用する当該公報記載の組成物では、十分な難燃性を得るには、該難燃剤混合物をエポキシ樹脂に対して多量に配合しなければならないという欠点がある。

【0006】一方、ポリリン酸アンモニウムがエポキシ樹脂に対して難燃効果を与えることも公知である。例えば、米国特許第4,137,178号明細書には、珪藻土で変性したポリリン酸アンモニウムがエポキシ樹脂のための防炎化剤として作用することが記載されている。

【0007】最近では、ポリリン酸アンモニウムと他の難燃剤との混合系が検討されている。例えば特開平8-170006号公報には防炎化剤として、リン-窒素化成分および場合によっては水酸化アルミニウムを含む耐熱性エポキシ樹脂組成物が開示されている。しかしながら、ポリリン酸アンモニウムと水酸化アルミニウムを併用する該公報記載の組成物は、配合された防炎化剤の難燃付与効果が乏しいために、エポキシ樹脂中に多量に添加する必要があり、その結果、樹脂本来の物性が失われるという欠点がある。

【0008】以上のような現状にあって、エポキシ樹脂に対して高度な難燃性を与えるための非ハロゲン系難燃剤または非ハロゲン難燃システムの確立が急がれている。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは、ポリリン酸アンモニウムと他の難燃剤もしくは難燃助剤との相乗効果によって、少ない配合量でも高い難燃性を発揮するエポキシ樹脂組成物を得るべく鋭意検討した。その結果、エポキシ樹脂に、ポリリン酸アンモニウムと赤燐、ポリリン酸アンモニウムと特定の金属水和物もしくはポリリン酸アンモニウム、赤燐および特定の金属水和物を特定の配合比で配合した組成物が、著しい難燃効果を示

すことを見出し、この知見に基づき、本発明を完成した。以上の記述から明かなように、本発明の目的はハロゲン系難燃剤を使用することなく、高度の難燃性を有する難燃性エポキシ樹脂組成物を提供することである。

【0010】

【課題を解決するための手段】

(1) エポキシ樹脂100重量部に対して、(A) ポリリン酸アンモニウムおよび(B) 赤燐を、その合計量が1~40重量部となる割合で配合し、かつ、(A) :

(B) の重量比が96 : 4~75 : 25であることを特徴とする難燃性エポキシ樹脂組成物。

(2) エポキシ樹脂100重量部に対して、(A) ポリリン酸アンモニウムおよび(C) 水酸化アルミニウムおよび水酸化マグネシウムのなかから選ばれる1種もしくは2種の金属水和物を、その合計量が1~50重量部となる割合で配合し、かつ、(A) : (C) の重量比が90 : 10~70 : 30であることを特徴とする難燃性エポキシ樹脂組成物。

(3) エポキシ樹脂100重量部に対して、(A) ポリリン酸アンモニウム、(B) 赤燐および(C) 水酸化アルミニウムおよび水酸化マグネシウムのなかから選ばれる1種もしくは2種の金属水和物を、その合計量が1~50重量部となる割合で配合し、かつ、(A) : (B) の重量比が96 : 4~75 : 25であって、且つ(A+B) : (C) の重量比が99.9 : 0.1~70 : 30であることを特徴とする難燃性エポキシ樹脂組成物。

(4) (A) 成分であるポリリン酸アンモニウムが、ポリリン酸アンモニウム、メラミン変性ポリリン酸アンモニウムもしくは被覆ポリリン酸アンモニウムである前記第1項~第3項のいずれか1項記載の難燃性エポキシ樹脂組成物。

(5) (B) 成分である赤燐が、赤燐もしくは被覆赤燐である前記第1項もしくは第3項のいずれか1項記載の難燃性エポキシ樹脂組成物。

(6) カーボン繊維もしくはガラス繊維を含有させてなる前記第1項~第3項のいずれか1項記載の難燃性エポキシ樹脂組成物。

【0011】(A) 成分のポリリン酸アンモニウムと

(B) 成分の赤燐を併用して高度な難燃性能を有する難燃性エポキシ樹脂組成物を得るには、エポキシ樹脂100重量部に対して、ポリリン酸アンモニウムと赤燐の配合比率を重量比で96 : 4~75 : 25、好ましくは90 : 10とした難燃剤を1~40重量部、好ましくは10~30重量部の割合で配合する。該難燃剤の配合割合が1重量部以下では充分な難燃性は得られず、また40重量部を超えて配合しても得られる難燃性の向上よりも樹脂物性の低下が大きくなる。

【0012】(A) 成分のポリリン酸アンモニウムと

(C) 成分の金属水和物である水酸化アルミニウム(C1)および/または水酸化マグネシウム(C2)を併用

して高度な難燃性能を有する難燃性エポキシ樹脂組成物を得るには、エポキシ樹脂100重量部に対して、ポリリン酸アンモニウムと水酸化アルミニウムおよび/または水酸化マグネシウムの配合比率を重量比で90 : 10~70 : 30、好ましくは80 : 20とした難燃剤を1~50重量部、好ましくは20~40重量部の割合で配合する。該配合割合が1重量部以下では充分な難燃性は得られず、また40重量部を超えて配合しても得られる難燃性の向上よりも樹脂物性の低下が大きくなる。

【0013】更に、(A) 成分のポリリン酸アンモニウム、(B) 成分の赤燐および(C) 成分の金属水和物である水酸化アルミニウム(C1)および/または水酸化マグネシウム(C2)を併用して高度な難燃性能を有する難燃性エポキシ樹脂組成物を得るには、エポキシ樹脂100重量部に対して、ポリリン酸アンモニウムと赤燐類の配合比率が重量比で96 : 4~75 : 25、好ましくは90 : 10であり、かつ、ポリリン酸アンモニウムと赤燐の混合物と水酸化アルミニウムおよび/または水酸化マグネシウムの配合比率が重量比で99.9 : 0.1~70 : 30、好ましくは80 : 20とした混合難燃剤を1~50重量部、好ましくは20~40重量部の割合で配合する。

【0014】本発明の難燃エポキシ樹脂を構成する

(A) 成分のポリリン酸アンモニウムとしては、ポリリン酸アンモニウム、メラミン変性ポリリン酸アンモニウム、カルバミルポリリン酸アンモニウムもしくは被覆ポリリン酸アンモニウムを挙げることができ、特に被覆ポリリン酸アンモニウムは水不溶性のため好適に使用される。ここで被覆ポリリン酸アンモニウムとは、ポリリン酸アンモニウムを合成樹脂で被覆もしくはマイクロカプセル化したものであり、これらのポリリン酸アンモニウムの水溶性は、25℃において0.5重量%以下である。マイクロカプセル化に使用できる樹脂としては、水が透過しにくく耐水性に優れた被膜を形成する熱硬化性樹脂が好適であり、例えばアルキド樹脂、アリル樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、シリコン樹脂、ウレタン樹脂、キシレン樹脂、フラン樹脂等の熱硬化性樹脂、もしくはそれらの変性タイプであり、アニオン、カチオン等にイオン変性したものや、高縮合タイプ等の特殊変性したもの、およびその他のもので変性したものの少なくとも1種以上を選ぶことができる。これらの樹脂で、樹脂の耐水性、被膜の強度、より緻密な被覆が可能などの観点から、メラミン樹脂、尿素樹脂、ユリア樹脂、ウレタン樹脂およびフェノール樹脂が好ましく用いられる。

【0015】更に該ポリリン酸アンモニウムを熱硬化性樹脂で被覆する際、エポキシ樹脂の極性(溶解度パラメーター、SP値)に接近している樹脂を選択することが特に好ましい。すなわちポリリン酸アンモニウム表面の

極性をエポキシ樹脂に近づけることで、該樹脂に対する分散性を高め、燃焼時には併用難燃剤との相乗効果をさらに高めることができる。

【0016】該ポリリン酸アンモニウムとしては市販品、例えば、スミセーフP（商品名、住友化学工業（株）製）、スミセーフPM（商品名、住友化学工業（株）製）、ホスチェックP/30（商品名、モンサント社製）、ホスチェックP/40（商品名、モンサント社製）、ノンネンW-3（商品名、丸菱油化（株））、テラージュC60（商品名、チッソ（株）製）、テラージュC70（商品名、チッソ（株）製）、ホスタフラムAP462（商品名、ヘキスト社製）等を挙げることができる。

【0017】本発明で使用される（B）成分の赤燐とは、未処理もしくは経時変化によって黒燐を含有したもの（赤燐）、無機物および／または有機物で表面処理したもの（以下、被覆赤燐とする）等が用いられる。特に被覆赤燐は、安全性及び取り扱いの容易さの点で好適に使用される。該被覆赤燐としては、特開昭59-170176号公報に開示されているように水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム等の無機充填剤を赤燐表面に被覆処理したもの、特開昭52-125489号公報に開示されているように、赤燐表面を熱硬化性樹脂で表面被覆されたもの、更には赤燐表面を無機充填剤で被覆し、さらにその上に熱硬化性樹脂で二重被覆されたものなどを好適に用いることができる。

【0018】本発明によって使用される（C）成分の水酸化アルミニウム（C1）および水酸化マグネシウム（C2）は、一般の市販品が十分使用できるが、高い難燃性が得られる点で微粒タイプのものが好適である。該水酸化アルミニウムは種々の金属水和物の中でも比較的低温で分解が始まり、燃焼拡大を制御する効果が顕著であるなどの理由により好適に選択される水和物である。更に水酸化アルミニウムと水酸化マグネシウムを併用すると、熱分解して水を脱離する温度範囲が広がり、高い難燃性を発現するため好ましい。市販品としては、ハイジライトH-42M（商品名、昭和電工（株）製）、キスマ5B（商品名、協和化学工業（株）製）等を挙げることができる。

【0019】本発明で用いるエポキシ樹脂は、エポキシ樹脂成分と硬化剤成分から付加重合反応によって得られる熱硬化性樹脂である。エポキシ樹脂成分は、エポキシ化オレフィン生成物群およびグリシジルエーテル群に分けることができるが、使用し際して特に制約を受けない。しかしながら最も重要で、且つ最も普及しているエポキシ樹脂成分を挙げるとすれば、脂肪族ポリアルコール、またはノボラックをベースにしたフェノールノボラック型、クレゾールノボラック型等のグリシジルエーテル化合物に加えて、2,2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）-プロパン（ビスフェノールA）、2,2-ビス

（4-ヒドロキシフェニル）-メタン（ビスフェノールF）、2,2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）-エタン（ビスフェノールAD）、2,2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）-プロパン等から得られるグリシジルエーテル化合物である。該化合物は例えば、ビスフェノールAとエピクロルヒドリンとのアルカリ存在下における反応によって製造され、その際、モル比を変えることによって、低粘度または高粘度のものが得られる。

【0020】また、硬化剤成分としては、エチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン等のアミン硬化剤、ポリアミノアミド系硬化剤、無水フタル酸、無水トリメリット酸等の酸および酸無水物系硬化剤、ポリメルカプタン系硬化剤、ジシアンジアミド、有機酸ジヒドラジド等の塩基性活性水素化合物等が用いられる。

【0021】本発明によって使用されるカーボン繊維及びガラス繊維は、難燃剤の添加によって減じた樹脂成型品の強度を補うことはもちろん、火災時、ポリリン酸により樹脂が炭化される際に炭化層の補強剤として働くものである。従って、該補強剤の添加量は難燃剤の配合量、目的とする強度によって異なるが、エポキシ樹脂成型品全量に対して、1～50重量%の範囲で使用する事が望ましい。

【0022】本発明のエポキシ樹脂組成物は可塑剤、安定剤及び添加物等を適宜併用することができる。ここで添加物等とは、顔料、染料及び抗菌剤等であり、特に限定されるものではなく、必要に応じて添加することができる。これら添加剤は一般に、少量、例えば樹脂100重量部に対して0.5～10重量部、好ましくは1～5重量部の範囲で添加することができる。

【0023】

【実施例】本発明を具体的に説明するために、以下に実施例および比較例を示すが、本発明はこれによって限定されるものではない。また、実施例および比較例における評価は次の方法により行った。

【0024】（1）難燃性：酸素指数（O. I.）
日本工業規格JIS K7201（酸素指数法による高分子材料の燃焼試験方法）に準拠。

【0025】（2）難燃性：UL94V

ULサブジェクト（アンダーライター・ラボラトリーズ・インコーポレーテッド）の「機器の部品用プラスチック材料の燃焼試験」に規定された垂直燃焼試験に準拠。
試験片の肉厚：1mm。

【0026】（3）発煙量測定

NBS発煙試験装置（（株）東洋精機製）で発煙量（Ds）を測定した。樹脂のみを燃焼させた際の発煙量と、試験片燃焼後の発煙量から減少率（%）を算出し、次のように評価した。

発煙量減少率 (%)	評価
0～30%	×
30～60%	△
60%以上	○

【0027】実施例1～9

ビスフェノールA型エポキシ樹脂エピコート828（商標、油化シェルエポキシ（株）製）100重量部に対して、（A）成分のポリリン酸アンモニウムとしてテラージュC60（商品名、チッソ（株）製）、（B）成分の赤燐としてノーバエクセル140（商品名、燐化学工業（株）製）を、表1に示される量（重量部）で配合し、予めよく分散混合した後、硬化剤としてジエチレントリアミン11重量部を加えて更に混合した。脱気を行なったのち、該混合物を40℃で60分加熱後、100℃で15分間プレス成型を行い平板を作製した。得られた平板を所定の形状に切り出し、試験片を作製した。得られた試験片を用いてUL-94V評価、酸素指数の測定および発煙性試験を行なった。その結果を表1に示した。

【0028】実施例10～15

（A）成分のポリリン酸アンモニウムとしてテラージュC60（商品名、チッソ（株）製）、（C）成分のハイジライトH-42M（商品名、昭和電工（株）製）を、表2に示される量（重量部）で配合した以外は実施例1に準拠して平板を得、得られた平板を用いて所定の試験片を作製し、これを用いてUL-94V評価、酸素指数の測定および発煙性試験を行なった。その結果を表2に示した。

【0029】実施例15及び16

（A）成分のポリリン酸アンモニウムとしてテラージュC60（商品名、チッソ（株）製）、（C）成分のハイジライトH-42M（商品名、昭和電工（株）製）およびキスマ5B（商品名、協和化学工業（株）製）を、表2に示される量（重量部）で配合した以外は実施例1に準拠して平板を得、得られた平板を用いて所定の試験片を作製し、これを用いてUL-94V評価、酸素指数の測定および発煙性試験を行なった。その結果を表2に示した。

【0030】実施例18～23

（A）成分のポリリン酸アンモニウムとしてテラージュC60（商品名、チッソ（株）製）、（B）成分の赤燐としてノーバエクセル140（商品名、燐化学工業（株）製）、及び（C）成分のハイジライトH-42M（商品名、昭和電工（株）製）を、表3に示される量（重量部）で配合した以外は実施例1に準拠して平板を得、得られた平板を用いて所定の試験片を作製し、これを用いてUL-94V評価、酸素指数の測定および発煙性試験を行なった。その結果を表3に示した。

【0031】比較例1～3

表4に示される量（重量部）のテラージュC60（商品名、チッソ（株）製）を単独配合する以外は実施例1に

準拠して平板を得、得られた平板を用いて所定の試験片を作製し、これを用いてUL-94V評価、酸素指数の測定、曲げ強度および発煙性試験を行なった。その結果を表4に示した。

【0032】比較例4～6

表4に示される量（重量部）のノーバエクセル140（商品名、燐化学工業（株）製）を単独配合する以外は実施例1に準拠して平板を得、得られた平板を用いて所定の試験片を作製し、これを用いてUL-94V評価、酸素指数の測定、曲げ強度および発煙性試験を行なった。その結果を表4に示した。

【0033】比較例7～9

表4に示される量（重量部）のハイジライトH-42M（商品名、昭和電工（株）製）を単独配合する以外は実施例1に準拠して平板を得、得られた平板を用いて所定の試験片を作製し、これを用いてUL-94V評価、酸素指数の測定、曲げ強度および発煙性試験を行なった。その結果を表4に示した。

【0034】比較例10～15

（A）成分のポリリン酸アンモニウムとしてテラージュC60（商品名、チッソ（株）製）、（B）成分の赤燐としてノーバエクセル140（商品名、燐化学工業（株）製）を、表5に示す量（重量部）で配合する以外は実施例1に準拠して平板を得、得られた平板を用いて所定の試験片を作製し、これを用いてUL-94V評価、酸素指数の測定および発煙性試験を行なった。その結果を表5に示した。

【0035】比較例16～19

（A）成分のポリリン酸アンモニウムとしてテラージュC60（商品名、チッソ（株）製）、（C）成分のハイジライトH-42M（商品名、昭和電工（株）製）を、表6に示される量（重量部）で配合する以外は実施例1に準拠して平板を得、得られた平板を用いて所定の試験片を作製し、これを用いてUL-94V評価、酸素指数の測定および発煙性試験を行なった。その結果を表6に示した。

【0036】比較例20～23

（A）成分のポリリン酸アンモニウムとしてテラージュC60（商品名、チッソ（株）製）、（B）成分の赤燐としてノーバエクセル140（商品名、燐化学工業（株）製）および（C）成分のハイジライトH-42M（商品名、昭和電工（株）製）を、表6に示される量（重量部）で配合する以外は実施例1に準拠して平板を得、得られた平板を用いて所定の試験片を作製し、これを用いてUL-94V評価、酸素指数の測定および発煙性試験を行なった。その結果を表6に示した。

【0037】

【発明の効果】本発明の難燃性エポキシ樹脂組成物は、ハロゲン系難燃剤を使用することなく、ポリリン酸アンモニウムと他の難燃剤もしくは難燃助剤との相乗効果に

よって、少ない配合量でも高い難燃性を発揮するエポキシ樹脂組成物であり、各種成形品の製造に好適に使用できる難燃性エポキシ樹脂組成物である。

*

*【0038】

【表1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9
配合比 (wt%/wt%)	(A)/(B)=86/4			(A)/(B)=90/10			(A)/(B)=75/25		
エポキシ828	100	100	100	100	100	100	100	100	100
硬化剤	11	11	11	11	11	11	11	11	11
(A)トリリン酸アモニウム類	33.6	24	14.4	31.5	22.5	13.5	26.2	18.7	11.2
(B)赤燐類	1.4	1	0.6	3.5	2.5	1.5	8.8	6.3	3.8
難燃剤合計量	35	25	15	35	25	15	35	25	15
酸素指数	32.7	30.8	29.0	34.0	31.7	30.0	33.0	31.0	29.2
UL-94V(1.6mm ²)	V-0	V-0	V-1	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-1
発煙性評価	○	○	○	○	○	○	○	○	○

(A)：テラゾールC60（商品名、テッソ（株）製）

(B)：ノバニール140（商品名、燐化学工業（株）製）

【0039】

※ ※【表2】

	実施例 10	実施例 11	実施例 12	実施例 13	実施例 14	実施例 15	実施例 16	実施例 17
配合比 (wt%/wt%)	(A)/(C)=90/10			(A)/(C)=80/20		(A)/(C)=70/30		(A)/(C)=80/20
エポキシ828	100	100	100	100	100	100	100	100
硬化剤	11	11	11	11	11	11	11	11
(A)トリリン酸アモニウム類	31.5	22.5	28	20	24.5	17.5	28	20
(C)-1水酸化アルミニウム	3.5	2.5	7	5	10.5	7.5	3.5	2.5
(C)-2水酸化マグネシウム							3.5	2.5
難燃剤合計量	35	25	35	25	35	25		
酸素指数	31.8	29.9	32.3	30.3	31.9	29.8	32.3	30.5
UL-94V(1.6mm ²)	V-0	V-1	V-0	V-2	V-0	V-1	V-0	V-0
発煙性評価	○	○	○	○	○	○	○	○

(A)：テラゾールC60（商品名、テッソ（株）製）

(C)-1：ハイライトH-42M（商品名、昭和電工（株）製）

(C)-2：キヌ5B（商品名、協和化学工業（株）製）

【0040】

【表3】

	実施例 18	実施例 19	実施例 20	実施例 21	実施例 22	実施例 23
配合比 (wt%/wt%)	(A)/(B)=80/10 (A+B)/(C)=90/10		(A)/(B)=90/10 (A+B)/(C)=80/20		(A)/(B)=90/10 (A+B)/(C)=70/30	
エポキシ828	100	100	100	100	100	100
硬化剤	11	11	11	11	11	11
(A)トリリン酸アモニウム類	28.3	20.2	25.5	18	22	15.7
(B)赤燐類	3.2	2.3	2.8	2	2.5	1.8
(C)-1水酸化アルミニウム	3.5	2.5	7	5	10.5	7.5
難燃剤合計量	35	25	35	25	35	25
酸素指数	34	31.6	33.9	31.5	33.6	31.2
UL-94V(1.6mm ²)	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0
発煙性評価	○	○	○	○	○	○

(A) : テラゾ C60 (商品名, テッソ (株) 製)

(B) : ノーベキセル140 (商品名, 燐化学工業 (株) 製)

(C) - 1 : ハイライトH-42M (商品名, 昭和電工 (株) 製)

【0041】

* * 【表4】

	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6	比較例 7	比較例 8	比較例 9
エポキシ828									
硬化剤									
(A)トリリン酸アモニウム類	35	25	15						
(B)赤燐類				35	25	15			
(C)-1水酸化アルミニウム							35	25	15
難燃剤合計量	35	25	15	35	25	15	35	25	15
酸素指数	31.1	29.5	27.6	28.0	27.4	28.0	22.1	21.5	20.8
UL-94V(1.6mm ²)	V-1	×	×	×	×	×	×	×	×
発煙性評価	○	○	△	△	×	×	△	×	×

(A) : テラゾ C60 (商品名, テッソ (株) 製)

(B) : ノーベキセル140 (商品名, 燐化学工業 (株) 製)

(C) - 1 : ハイライトH-42M (商品名, 昭和電工 (株) 製)

【0042】

【表5】

	比較例 10	比較例 11	比較例 12	比較例 13	比較例 14	比較例 15
配合比 (wt%/wt%)	(A)/(B)=50/50			(A)/(B)=20/80		
エポキシ828	100	100	100	100	100	100
硬化剤	11	11	11	11	11	11
(A)トリリン酸アンモニウム類	17.5	12.5	7.5	7	5	3
(B)赤燐類	17.5	12.5	7.5	28	20	12
難燃剤合計量	35	25	15	35	25	15
酸素指数	31.5	30.0	28.3	29.5	28.3	27.0
UL-94V(1.6mm')	V-0	V-2	V-2	V-2	×	×
発煙性評価	△	△	×	△	×	×

(A) : テラゾ C60 (商品名, チッソ (株) 製)

(B) : ノバエポキシ140 (商品名, 燐化学工業 (株) 製)

【0043】

* * 【表6】

	比較例 16	比較例 17	比較例 18	比較例 19	比較例 20	比較例 21	比較例 22	比較例 23
配合比 (wt%/wt%)	(A)/(C)=50/50		(A)/(C)=20/80		(A)/(B)=80/10 (A+B)/(C)=50/50		(A)/(B)=80/10 (A+B)/(C)=20/80	
(A)	17.5	12.5	7	5	18.7	11.2	6.3	4.5
(B)					1.8	1.3	0.7	0.5
(C) - 1	17.5	12.5	28	20	17.5	12.5	28	20
難燃剤合計量	35	25	35	25	35	25	35	25
酸素指数	29.2	27.7	25.0	24.1	29.8	28.1	25.5	24.4
UL-94V(1.6mm')	×	×	×	×	V-2	×	×	×
発煙性評価	△	×	×	×	△	×	×	×

(A) : テラゾ C60 (商品名, チッソ (株) 製)

(B) : ノバエポキシ140 (商品名, 燐化学工業 (株) 製)

(C) - 1 : ハジメイトH-42M (商品名, 昭和電工 (株) 製)